

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-213989

(43)Date of publication of application : 28.08.1989

(51)Int. Cl.

H05B 33/10  
H05B 33/14

(21)Application number : 63-038613

(71)Applicant : OKI ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 23.02.1988

(72)Inventor : MITA MITSURO  
HAYASHI NAOJI  
SUGANO HIROMASA  
KOIZUMI MASUMI

## (54) FORMATION OF EL-PANEL

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a luminescent film capable of producing high brightness green luminescence by forming ZnS:Tb, F luminescent film by means of rf magnetron sputtering at a particular gas pressure of Ar.

CONSTITUTION: A ZnS:Tb, F luminescent film is formed by means of rf magnetron sputtering, wherein Ar gas is used as a sputtering gas and the sputtering is carried out at the Ar gas pressure of 1.3~3mTorr. When the Ar gas pressure is selected to be 1.3~3mTorr, F/Tb ratio will be equal to 1, and the nature of crystal will be improved, and the mixing of impurities will be minimized. It is thus possible to provide the ZnS:Tb, F luminescent film capable of producing high brightness green luminescence.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-213989

⑤ Int. Cl.

H 05 B 33/10  
33/14

識別記号

庁内整理番号

7254-3K  
7254-3K

④ 公開 平成1年(1989)8月28日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑥ 発明の名称 ELパネルの形成法

② 特 願 昭63-38613

② 出 願 昭63(1988)2月23日

⑦ 発 明 者	見 田	充 郎	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号	沖電気工業株式会社内
⑦ 発 明 者	林	直 司	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号	沖電気工業株式会社内
⑦ 発 明 者	宮 野	裕 雅	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号	沖電気工業株式会社内
⑦ 発 明 者	小 泉	真 澄	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号	沖電気工業株式会社内
⑦ 出 願 人	沖電気工業株式会社		東京都港区虎ノ門1丁目7番12号	
⑦ 代 理 人	弁理士 菊 池 弘			

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

ELパネルの形成法

## 2. 特許請求の範囲

Arガスをスパッタリング・ガスとしてrfマグネトロン・スパッタリング法を用いて緑色発光を示すZnS:Tb、F発光膜を形成するようにしたELパネルの形成法において、

前記ZnS:Tb、F発光膜を形成する際、Arガス圧は1.3〜3mm Torrに設定することを特徴とするELパネルの形成法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明はELパネルの形成法に係り、特に、rfマグネトロン・スパッタリング法を用いて、緑色発光を示すEL素子の発光膜ZnS:Tb、Fを形成するときのスパッタリング条件に関するものである。

(従来の技術)

従来、ELパネルの形成法において、ZnS:Tb、F

緑色発光膜は、製膜法として電子ビーム蒸着法が主に用いられてきた。しかし、電子ビーム蒸着法では、発光中心であるTbF<sub>3</sub>のクラスターすなわち粒が膜中に生じてしまい、発光しない黒点が生じてしまう。

このため、最近では、rfスパッタリング法、特にrfマグネトロン・スパッタリング法が主流となっている。この方法を用いて、高輝度発光を示すZnS:Tb、F発光膜を得るためには、ZnS:Tb、F膜中のF/Tb原子数比を1程度とすることが必要とされる。さらにF/Tb原子数比が1であることは、膜形成後の熱処理を施したとき、より高輝度を得られることが報告されている。その原因としては、未熱処理のZnS膜中では、FとTbイオンが隣接して添加されておらず、熱処理によって、TbイオンとFイオンが隣接したTb-F発光中心が形成されることが考えられている。さらに、ZnS膜中にイオン半径の大きなFイオンが多く存在すると、ZnS格子に歪みを与へ、母体自体の結晶性の低下をまねき、ひいては、発光中心を励起する

ホット・エレクトロンのエネルギーを低下させると考えられる。

ところで、従来、rfスパッタリング法で、 $\text{ZnS:Tb}$ 、F緑色発光膜を形成する方法としては、ジャパン・ディスプレイ83P84に開示されるように、Arをスパッタリング・ガスとして用いたrfダイオード・スパッタリング法が良く知られており、この法においては、上述のことを考慮して、Arガス圧10mTorr付近で製膜している。したがって、rfマグネトロン・スパッタリング法で $\text{ZnS:Tb}$ 、F緑色発光膜を形成する場合も、スパッタリング・ガスであるArガス圧を10mTorr付近とすることが考えられる。

(発明が解決しようとする課題)

しかし、Arガスをスパッタリング・ガスとするrfマグネトロン・スパッタリング法において、Arガス圧10mTorr付近では、高輝度の緑色発光を示す $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜が得られなかった。

この発明は、rfマグネトロン・スパッタリング法において高輝度の緑色発光を示す $\text{ZnS:Tb}$ 、F

スパッタリング法において、スパッタリング・ガスであるArガス圧を0.6mTorrから30mTorrまで変化させて、 $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜を形成した。その結果を第1図に示す。この図において、縦軸として示す輝度は、それぞれのArガス圧で形成した $\text{ZnS:Tb}$ 、F膜を発光膜とするELED素子から得られた輝度-印加電圧特性において、輝度1cd/m<sup>2</sup>が得られる電圧を発光開始電圧として、これより30Vおよび60V高電圧側の輝度をプロットしたものである。この結果より、この発明のように、Arガス圧2mTorr付近(1.3~3mTorr)に選択すれば、最高輝度の緑色発光の $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜が得られる。

従来のArガスを用いたrfダイオード・スパッタリング法において、最高輝度が10mTorr(1.27Pa)において得られるのに対し、rfマグネトロン・スパッタリング法では、上述の結果より、2mTorr付近と、大きくずれを生じている。このように、rfマグネトロン・スパッタリング法において、最高輝度が2mTorr付近で得られる

(2) 発光膜を得ることを目的とする。

(課題を解決するための手段)

この発明は、ELEDパネルの形成法において、Arガスをスパッタリング・ガスとするrfマグネトロン・スパッタリング法を用いて $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜を形成するとき、Arガス圧は1.3~3mTorrとするものである。

(作用)

Arガスを1.3~3mTorrとすると、F/Tb比は1となり、結晶性も改善され、不純物混入も最小限となり、高輝度の緑色発光を示す $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜が得られる。

(実施例)

以下この発明の一実施例を説明する。この発明の一実施例では、ELEDパネルの形成法において、 $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜は、Arガスをスパッタリング・ガスとするrfマグネトロン・スパッタリング法を用いて形成することとし、その際のArガス圧は1.3~3mTorrとする。

本発明者は実験を行った。rfマグネトロン・

原因としては、次の3点が考えられる。

第1番目の原因としては、発光膜 $\text{ZnS}$ 膜中に存在するF/Tb原子数比の値が挙げられる。このF/Tb比は本来X線マイクロアナライザ等の分析法を用いて測定されるが、簡易法として、この発光膜のELED発光スペクトルによって判定可能である。すなわち、発光中心である $\text{Tb}^{3+}$ イオンの ${}^6\text{D}_5 \rightarrow {}^7\text{F}_5$ 遷移に基づく発光スペクトルのうち、542nmと551nmとの2つの発光ピーク強度比が、F/Tb=3のときには542nmが優勢であり、F/Tb=1のときには542nmと551nmのピークが同程度となる。第2図に示すように、rfマグネトロン・スパッタリング法においては、Arガス圧を上述の範囲で減少させていくと、551nmのピークが成長し、2mTorr付近で同程度となる。すなわち、2mTorr付近でF/Tb比が1となることを示している。

第2番目の原因としては、 $\text{ZnS}$ 発光膜の結晶性が考えられる。第3図に、 $\text{ZnS:Tb}$ 、F発光膜をX線回折で分析した結果を示す。結晶性に関して

は、rfダイオード・スパッタと同様に、rfマグネトロン・スパッタリング法においても10 mTorr以上の領域でX線回折ピーク強度、面間隔および半値幅が著しく改善される。しかし、30 mTorrでは、結晶性が改善されるにもかかわらず、Arガス等の混入によって輝度は低下する。2 mTorr以下のArガス圧の領域では、高エネルギーのスパッタリング粒子によって半値幅は小さい、すなわち、結晶粒径が小さいにもかかわらず、X線回折ピーク強度および面間隔は改善されている。

第3番目の原因としては、より高真空である2 mTorrでスパッタリングすることにより、スパッタリングガスであるArガスの残留ガスである $O_2$ 、 $H_2O$ 等の膜中への混入を最小限に抑えることができることである。

(発明の効果)

以上詳細に説明したように、この発明によれば、Arガス圧を1.3~3 mTorrに設定してrfマグネトロン・スパッタリング法によりZnS: Tb, F発光膜を形成するようにしたので、F/Tb比は1

(3)となり、結晶性も改善され、不純物混入も最小限となり、高輝度の緑色発光を示すZnS: Tb, F発光膜を得ることが可能となる。

#### 4. 図面の簡単な説明

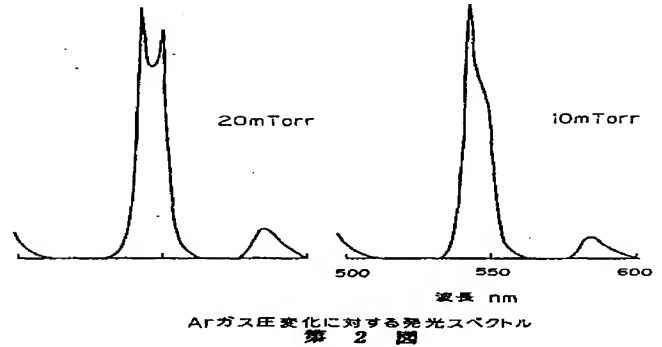
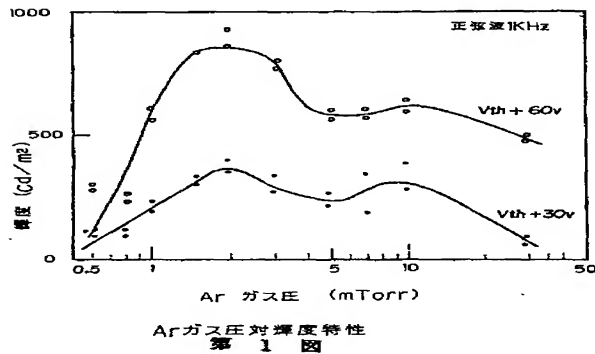
第1図はArガス圧と輝度との関係を示す特性図、第2図はArガス圧と発光スペクトルの関係を示す特性図、第3図はZnS: Tb, F発光膜をX線回折で分析した結果を示す特性図である。

特許出願人

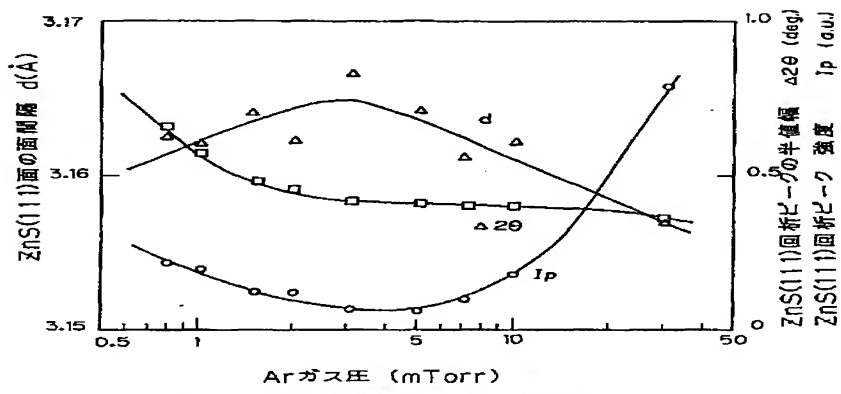
沖電気工業株式会社

代理人 弁理士

菊池 弘



(4)



ZnS:Tb,F 発光膜のX線回折結果  
第 3 図